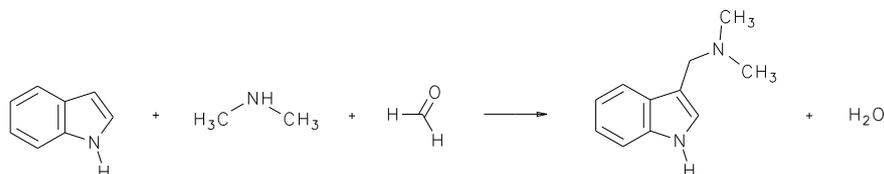


## 9.5.1. 3-Dimethylaminomethylindol

### Reaktion:



### Ansatz 7 ml Eisessig

4,0 g ca. 40 %-ige Formaldehydlösung

4,5 g 50 %-ige, wässrige Dimethylaminlösung

5,9 g Indol

2 N NaOH (nach Bedarf, aber max. ca. 75 ml), n-Hexan

### Vorschrift:

Eisessig, Formaldehydlösung und Dimethylamin werden unter Eiskühlung vermischt und anschließend auf einmal unter Rühren zum Indol gegeben. Unter Erwärmung bildet sich eine klare gelbe Lösung, die vier Stunden bei Raumtemperatur stehen gelassen werden soll<sup>(3)</sup>. Danach wird mit 2 N Natronlauge alkalisiert, wobei alles zu einem dicken Kristallbrei erstarrt. Nach dem Saugfiltrieren wird das Produkt mit destilliertem Wasser alkalifrei gewaschen und getrocknet<sup>(4)</sup>. Die Reinigung erfolgt durch Umkristallisation in einem Gemisch Aceton/n-Hexan (1:1).

### Bemerkungen:

(1) Die Reaktion soll dünnenschichtchromatographisch verfolgt werden: Silicagelfolie; Laufmittel: Ethanol; Detektion: UV-Licht oder Jodkammer; R<sub>f</sub>-Werte: Edukt = 0,84; Produkt = 0,11. Zu untersuchen ist der Umsatz in 1-stündigem Abstand.

(2) 2 N NaOH = 2 Molare NaOH

(3) Der Ansatz kann auch über Nacht stehen gelassen werden.

(4) Es wird bis zur Massekonstanz am besten über Nacht im Exsikkator über KOH getrocknet.

### Mechanismus:

Kondensation eines sekundären Amins mit Formaldehyd und einer CH-aciden Verbindung (Mannich-Reaktion)

Produkt: 3-Dimethylaminomethyl-indol (Gramin): Schmp.: 134 °C

### Literatur

[1] Vogel's *Textbook of practical organic chemistry*, Longman, **1978**, 4.Auflage, 816; Autorenkollektiv;

[2] Hünig, Märkel, Sauer; *Integriertes organisches Praktikum*, Verlag Chemie, **1979**, S.220; Autorenkollektiv,

[3] [2] Gatermann, Wieland, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter (43.Auflage) **1982**, 353,

[4] H.G.O. Becker u.a., *Organikum*, 24. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, **2015**, S. 546

Gefährdung: Formaldehyd ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Indol und n-Hexan sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Dimethylamin wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden. Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid und Eisessig wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Aceton, n-Hexan und Dimethylamin sind leichtentzündlich (F), alle von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Aceton und n-Hexan in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

| Substanz                             | Molmasse g/mol | Schmelzpunkt °C | Siedepunkt °C | Gefahrstoffsymbol | H-Sätze                            | P-Sätze  |
|--------------------------------------|----------------|-----------------|---------------|-------------------|------------------------------------|--|
| 3-Dimethylaminomethylindol           | 174,25         | 138,5           |               |                   |                                    |  |
| Eisessig                             | 60,05          | 10              | 118           | C                 | H226, H314                         | P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, P405, P501          |
| Formaldehydsg. 37 %                  |                | <-15            | 93-96         | T                 | H301, H311, H314, H317, H331, H351 | P201, P202, P260, P264, P280, P281, P301+P310, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P321, P333+P313, P403+P233, P405, P501 |
| Dimethylaminlösung, 50%-ige, wäßrige |                | -93             | 6,8           | F+, C             | H220, H315, H318, H332, H335       | P210, P261, P264, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P332+P313, P362, P377, P381, P403+P233, P405, P501   |
| Indol                                | 117,16         | 52-54           | 254           | Xn, N             | H302, H312, H315, H318, H335, H410 | P261, P264, P273, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P330, P332+P313, P362, P391, P403+P233, P405, P501                                |
| Natriumhydroxid                      | 40,0           | 318             | 1390          | C                 | H314                               | P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501  |

## 2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

| Substanz                            | Schutzmaßnahmen allgemein | Schutzmaßnahmen Körper | Anweisungen zur ersten Hilfe Haut | Anweisungen zur ersten Hilfe Augen | Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation | Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken | Störverhalten bei kleinen Unfällen |
|-------------------------------------|---------------------------|------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|---|---|------------------------------------|
| 3-Dimethylaminomethylindol          | ADL                       | BK                     | WK                                | W                                  | L                                       | WEA                                       | WCSchP                             |
| Essigsäure                          | ADL                       | BK                     | WK                                | WA                                 | LA                                      | WA  | WCSchP                             |
| Formaldehydsg. 37 %                 | DL                        | BK                     | WK                                | WA                                 | LA                                      | WKA                                       | PSch                               |
| Dimethylaminlösung, 50%ige, wäßrige | ADL                       | BK                     | WK Polyethylenglycol 400          | WA                                 | WA                                      | WA  | WCSchP                             |
| Indol                               | DTK                       | BK                     | WK                                | WA                                 | L                                       | WEA                                       | WCSchP                             |
| Natriumhydroxid                     | TD                        | BHK                    | WFK                               | WA                                 | LA                                      | WA  | CPSch                              |